

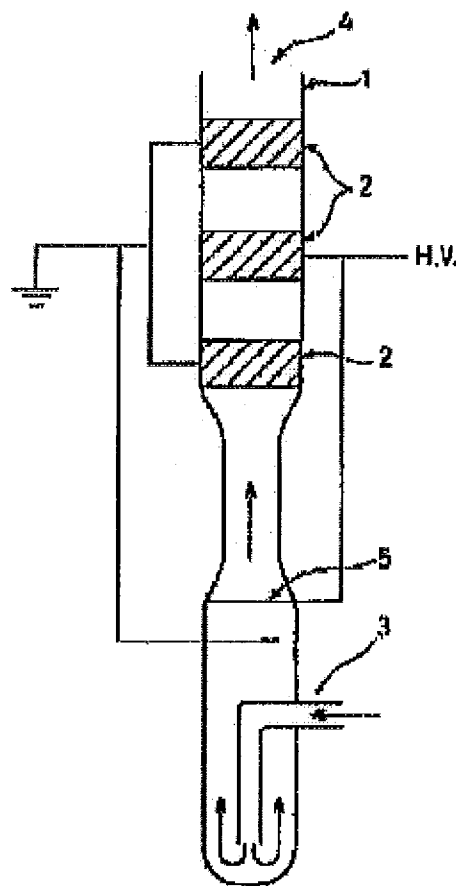
# METHOD AND DEVICE FOR SURFACE-TREATING POWDER BY ATMOSPHERIC-PRESSURE PLASMA

**Publication number:** JP6228739  
**Publication date:** 1994-08-16  
**Inventor:** OKAZAKI SACHIKO; KOKOMA MASUHIRO  
**Applicant:** OKAZAKI SACHIKO; KOKOMA MASUHIRO  
**Classification:**  
- **International:** C23C14/24; C23C14/24; (IPC1-7): C23C14/24  
- **European:**  
**Application number:** JP19930015737 19930202  
**Priority number(s):** JP19930015737 19930202

Report a data error here

## Abstract of JP6228739

**PURPOSE:** To surface-treat a powder with high quality, performance and efficiency by gas-floating the powder with a rare gas or a mixture of the rare gas and gaseous reactant and generating an atmospheric-pressure glow discharge to treat the powder with plasma.  
**CONSTITUTION:** An electrode 2 is arranged in a pipeline 1 to constitute a device for surface-treating a powder. The powder filled in the closed part at the bottom of the pipeline is gas-floated through the pipeline 1 toward a gas exhaust part 4 by the rare gas or a mixture of the rare gas and gaseous reactant from a gas inlet 3. At this time the concn. of the rare gas is preferably regulated to  $\geq 90\%$ . When the powder is not conductive, the powder is preferably destaticized by an auxiliary electrode 5. Under such conditions, a voltage HV is impressed on the electrode 2 to generate a glow discharge at a pressure higher than atmospheric pressure. The powder being conveyed is surface-treated by the produced plasma.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-228739

(43) 公開日 平成6年(1994)8月16日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 14/24

識別記号

庁内整理番号

9271-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-15737

(22) 出願日 平成5年(1993)2月2日

(71) 出願人 000122450

岡崎 幸子

東京都杉並区高井戸東2丁目20番11号

(71) 出願人 390035932

小駒 益弘

埼玉県和光市下新倉843-15

(72) 発明者 岡崎 幸子

東京都杉並区高井戸東2-20-11

(72) 発明者 小駒 益弘

埼玉県和光市下新倉843-15

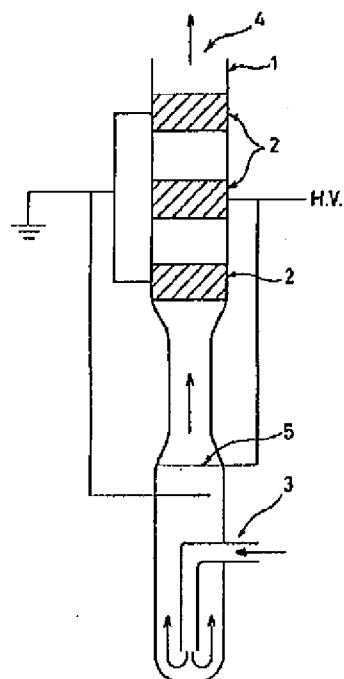
(74) 代理人 弁理士 西澤 利夫

(54) 【発明の名称】 大気圧プラズマによる粉体の表面処理方法とその装置

(57) 【要約】

【構成】 粉体の浮遊搬送過程において、粉体を希ガス、もしくは希ガスおよび反応性ガスとの混合ガスによって浮遊搬送するとともに、大気圧以上の圧力下にグロー放電させて粉体表面をプラズマ処理する。

【効果】 真空排気設備を必要とすることなく、簡便に、高効率および高品質での粉体の表面処理を可能とする。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉体の浮遊搬送過程において、粉体を希ガス、もしくは希ガスおよび反応性ガスとの混合ガスによって浮遊搬送するとともに、大気圧グロー放電させて粉体表面をプラズマ処理することを特徴とする大気圧プラズマによる粉体の表面処理方法。

【請求項2】 希ガス濃度が混合ガスの90%以上である請求項1の表面処理方法。

【請求項3】 粉体を浮遊搬送する管路と、この管路に配置した電極およびガスの導入部と排気部とを有する管路流通系の放電プラズマによる粉体表面の処理装置であって、ガス導入部からは希ガス、もしくは希ガスと反応性ガスとの混合ガスが導入され、粉体は、この混合ガスによって管路搬送され、電極への電圧印加により生成された大気圧グロー放電プラズマによってその表面が処理されることを特徴とする大気圧プラズマによる粉体の表面処理装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、大気圧プラズマによる粉体の表面処理方法とその装置に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、各種粉体の表面物性を効果的に改質することのできる新しい大気圧プラズマ条件下での表面処理方法とそのための装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】 従来より、金属、合金、セラミックス、ポリマー等の各種の粉体に対して、表面活性化、表面修飾、疎水化、あるいは親水化等の目的のもとに表面処理を施すことが広く行われている。そのための手段にも各種のものが知られている。このような粉体の表面処理方法の一つとして、低圧真空条件下で放電プラズマ処理する方法も知られている。

【0003】 しかしながら、この従来の低圧条件下でのプラズマ処理の場合には、低圧条件とするために制約が大きく、真空排気系の設備が必要であるばかりでなく、粉体表面を、多数の粉体の個々の粒子について均一に処理するための条件を形成することが難しいという問題があった。また、その処理の効率化にもおのずと制約があった。

【0004】 このため、従来の低圧プラズマ処理によっては、高品質、高性能での効率の良い処理は実際的に困難でもあった。この発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであって、従来の低圧プラズマによる粉体の表面処理の欠点を解消し、高品質、高性能、そして高効率での処理を、真空排気系等の設備を必要とすることなく実施することのできる、新しい大気圧プラズマによる粉体の表面処理方法とそのための装置を提供することを目的としている。

【0005】

2

【課題を解決するための手段】 この発明は、上記の通りの課題を解決するものとして、粉体の浮遊搬送過程において、粉体を希ガス、もしくは希ガスおよび反応性ガスとの混合ガスによって、浮遊搬送するとともに、大気圧グロー放電させて粉体表面をプラズマ処理することを特徴とする大気圧プラズマによる粉体の表面処理方法を提供する。

【0006】 また、この発明は、そのための装置として、粉体を浮遊搬送する管路と、この管路に配置した電極およびガスの導入部と排気部とを有する管路流通系の放電プラズマによる粉体表面の処理装置であって、ガス導入部からは希ガス、もしくは希ガスと反応性ガスとの混合ガスが導入され、粉体は、この混合ガスによって管路搬送され、電極への電圧印加により生成された大気圧グロー放電プラズマによってその表面が処理されることを特徴とする大気圧プラズマによる粉体の表面処理装置を提供する。

【0007】

【作用】 すなわち、この発明は、発明者がすでにプラズマ技術の新しい領域を拓くものとして提案している大気圧もしくはそれ以上の圧力条件下でのグロー放電プラズマ技術を応用したものである。この大気圧プラズマ技術は、旧来の技術常識からは全く予想もし得なかった大気圧以上の条件でグロー放電プラズマが生成するとの知見に基づいてなされたものである。低圧真空条件を採用しなくともグロー放電プラズマが生成し、その産業技術としての応用が可能であるとの知見は、まさにプラズマ反応技術の新次元を拓くものであった。

【0008】 発明者による努力によって、この大気圧プラズマ技術は、固体基体の表面処理、薄膜形成の各分野において応用上の適用可能性が明らかにされてきている。ただ、これまでの知見では、粉体、特に微粉体に対してこの大気圧プラズマ技術を適用することは難しいと考えられていた。その理由は、粉体の個々の粒子を均一に処理するための手段が難しく、かつ、大気圧下でのグロー放電プラズマの安定性が粉体の挙動によって損われるのではないかと懸念されたからである。

【0009】 しかしながら、この発明によって、大気圧プラズマが適用され、粉体の表面に対して、均一に、かつ高品質、高効率での処理が可能とされた。このことは、希ガス、もしくは希ガスと反応性ガスとの混合ガスによって粉体を浮遊させ、その浮遊搬送の過程においてグロー放電プラズマを大気圧下に生成させて、このプラズマにより粉体表面を処理することで実現可能となる。

【0010】 従って、従来の低圧プラズマ技術はもちろんのこと、これまで提案している大気圧グロー放電プラズマ技術の知識からは予想することのできない粉体表面処理が可能となった。この発明を実施するに当たっては、対象とする粉末の種類には特別の限定はない。各種のポリマー粉体がこの発明の方法の対象として適用可能とさ

れる。これら粉体の粒径、形状にも特に限定はない。

【0011】また、希ガスとしては、He、Ne等が使用されるが最も好適にはHeが使用される。もちろん、混合された希ガスであってもよい。たとえばHe+N<sub>2</sub>、He+Ar等である。反応性ガスとしては、表面処理の目的に応じて選択される。たとえば、酸素、水素、窒素、炭化水素、アンモニア、アミン、弗化炭化水素、ハロゲン等々が例示される。一般的には、これら反応性ガスを使用する場合には、希ガスの割合が90容量%以上を占めるようにするのが好ましい。このため、反応性ガスの割合は10%以下とする。表面処理時のガスによる圧力は、大気圧もしくはそれ以上とすることができる。この圧力、そしてガスの流量は、粉体を浮遊搬送するに充分であって、かつ、プラズマ処理が行われるように適宜に選択すればよい。

【0012】また、表面処理のための装置の構成についても、以上の条件に沿うようにする。以下、実施例を示し、さらに詳しくこの発明の表面処理について説明する。

#### 【0013】

【実施例】スチレンとジビニルベンゼンの共重合体の多孔質粉体(SDB)の平均粒径約400 $\mu$ mの粉体に対して疎水化表面処理を行った。装置としてはたとえば図1に示したものをを用いることとした。この図1の装置の場合には、粉体を浮遊搬送する管路(1)と、この管路(1)に配置した電極(2)およびガス導入部(3)とガス排気部(4)とを有する管路流通系の放電プラズマ\*

\*による粉体表面の処理装置を構成している。

【0014】ガス導入部(3)からは、希ガス、もしくは希ガスと反応性ガスとの混合ガスが導入される。底部の閉止部内に装填した粉体は、この導入ガスによって吹き上げられて浮遊し、ガス排気部(4)方向へ搬送される。搬送の過程で、電極(2)に印加された電圧(H<sub>V</sub>)によって、大気圧もしくはそれ以上の圧力下においてグロー放電が生成される。

【0015】このグロー放電によるプラズマが粉体の表面を処理することになる。また、この図1の例においては、補助電極(5)を設けてもいる。この補助電極(5)は、非導電性の粉体を用いる場合に有効なもので、静電気を除去するためのものである。静電気は粉体の相互付着をもたらすことから、この静電気の除去が望ましい。そして、この補助電極(5)によって、導電性、非導電性を問わず、処理することが可能となる。

【0016】もちろん、この発明においては、図1の例に限定されることはない。底部の閉止部も開放し、完全な流通系としてもよいことは言うまでもない。以上の図1の装置を用いてスチレン-ジビニルベンゼン共重合体(SDB)粉体を処理するに際しては、Heで希釈したCF<sub>4</sub>またはC<sub>2</sub>F<sub>6</sub>の混合ガスによる大気圧グロー放電プラズマを利用した。その条件は、次の表1に示した。

#### 【0017】

【表1】

試料気体	He流量 (ml/min)	気体流量 (ml/min)	電極間距離 (mm)	周波数 (kHz)	放電出力 (W)
CF <sub>4</sub>	6000	20	13	90	200
C <sub>2</sub> F <sub>6</sub>	6000	20	0	90	200

【0018】処理後の粉体の疎水性は臨界エタノール濃度法により測定した。これは水とエタノールの表面張力の差を利用し、粉体試料を水上に浮かべ、エタノールを滴下し、試料が完全に沈んだ時の溶液中のエタノールの濃度を求める方法である。図2は、この臨界エタノール濃度の結果を示したものである。この図2は、CF<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>による弗素化によって、疎水性が大きく向上していることがわかる。ESCA測定によって、CF<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>共に5分間の処理で生成物表面に約50at%の弗素原子の存在が確認された。

#### 【0019】

【発明の効果】この発明によって、以上詳しく説明した通り、真空排気系の設備を必要とすることなく、大気圧

条件において、高効率で、高品質な粉体の表面処理が可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

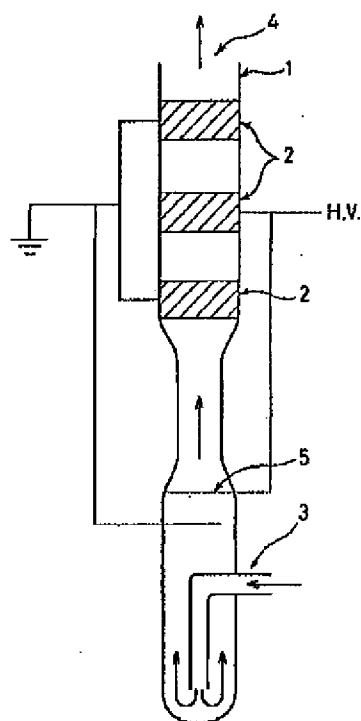
【図1】処理装置の一例を示した断面構成図である。

【図2】実施例としての臨界エタノール濃度を示した図である。

#### 【符号の説明】

- 1 管路
- 2 電極
- 3 ガス導入部
- 4 ガス排気部
- 5 補助電極

【図1】



【図2】

